

(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 031 533 A1

(12)

# DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:  
30.08.2000 Bulletin 2000/35

(51) Int Cl.7: B67D 5/02, B67D 5/60

(21) Numéro de dépôt: 99403239.9

(22) Date de dépôt: 21.12.1999

(84) Etats contractants désignés:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE  
Etats d'extension désignés:  
AL LT LV MK RO SI

(72) Inventeur: Guarneri, Georges  
38800 Le Pont de Claix (FR)

(74) Mandataire: Vesin, Jacques et al  
L'AIR LIQUIDE, S.A.,  
Service Propriété Industrielle,  
75, Quai d'Orsay  
75321 Paris Cédex 07 (FR)

(30) Priorité: 26.02.1999 FR 9902467

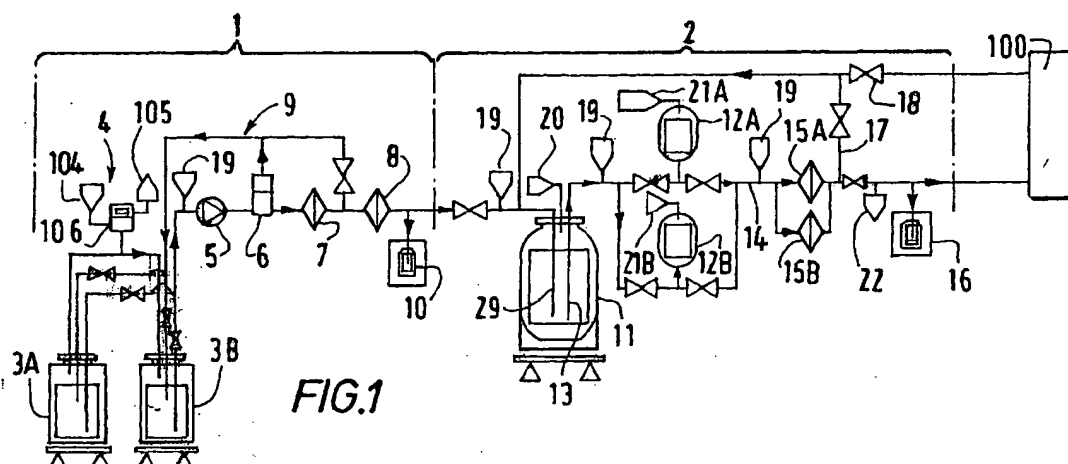
(71) Demandeur: Air Liquide Electronics Systems  
75007 Paris (FR)

## (54) Système de distribution de liquide et son utilisation pour la distribution d'un liquide ultra-pur

(57) Le liquide à distribuer part d'un réservoir (3A, 3B) maintenu sous une première surpression P1, d'où il est transféré à une cuve intermédiaire de stockage (11) maintenue sous une pression intermédiaire prédéterminée P2 > P1. En aval de cette cuve sont montés

en parallèle plusieurs récipients de distribution de faible volume (12A, 12B), dont chacun peut être mis soit à une pression de distribution P3 > P2, soit à une pression de remplissage P4 < P2.

Application à la distribution de produits chimiques ultra-purs destinés à l'industrie micro-électronique.



EP 1 031 533 A1

## Description

[0001] La présente invention est relative à un système de distribution de liquide. Elle s'applique en particulier à la distribution de produits chimiques ultra-purs, notamment destinés à l'industrie micro-électronique.

[0002] Les pressions dont il est question ici sont des pressions relatives.

[0003] L'évolution rapide de la micro-électronique vers une miniaturisation toujours plus poussée a des conséquences quant à la pureté des produits chimiques utilisés dans diverses phases de la fabrication des circuits intégrés. Il devient maintenant courant pour des produits chimiques comme le peroxyde d'hydrogène, l'ammoniaque, l'acide fluorhydrique de spécifier des teneurs en cations inférieures au ppb (partie par billion), et des teneurs en particules inférieures à 500 particules de 0,2 micromètres par litre.

[0004] Ces produits chimiques liquides dits ultra-purs, utilisés par exemple dans les procédés de nettoyage, sont distribués au-delà d'une certaine consommation par des systèmes de distribution centralisés. Ces systèmes comprennent les fonctions suivantes :

- soutirage du produit à partir d'une source de produit fournisseur, ou réservoir d'alimentation, vers une cuve de stockage, à travers des étages de filtration pour améliorer les spécifications particulières du produit, avec recirculation éventuelle à travers des étages de filtration pour améliorer les spécifications particulières du produit tout en maintenant la qualité ionique,;
- distribution du produit à partir de la cuve de stockage vers un réseau utilisateur via un étage de filtration pour améliorer les spécifications particulières du produit.

[0005] Différents moyens sont connus pour véhiculer le produit à partir de la cuve de stockage. Ces moyens utilisent soit des pompes, soit la pression, soit le vide, ou encore des combinaisons de ces moyens (voir par exemple les brevets US 5 330 072, 5; 417,346 et 5,772,447).

[0006] Ces moyens présentent certains inconvénients :

[0007] La distribution pompée génère des particules liées aux variations de pression des pompes, et les pompes posent des problèmes de fiabilité.

[0008] La distribution par pression et vide pose des problèmes de fiabilité liés à la non-compatibilité des vannes à membranes dans le système avec le vide, alors que ces vannes à membranes sont les seules compatibles avec les niveaux de pureté exigés.

[0009] Les systèmes de distribution classiques à pression utilisent au moins deux cuves de stockage d'un volume unitaire important, correspondant typiquement à la consommation journalière des équipements. Typiquement, les cuves sont au minimum de 200 l. Ceci entraîne des dimensions d'armoire importantes, et les cuves doivent pouvoir supporter la pression de distribution, de l'ordre de 4 bars, ou le vide. Pour cela, dans le cas des produits corrosifs, les matériaux utilisés comprennent une coquille intérieure en matière plastique du type polyéthylène (PE), perfluoroalkoxy (PFA) ou fluorure de polyvinylidène (PVDF), et un renforcement extérieur en fibre de verre ou en acier inoxydable. Cette conception des cuves peut entraîner des contaminations ioniques si les fabrications ne sont pas parfaitement maîtrisées, et des problèmes de sécurité liés à la pressurisation ou au vide pour les cuves de gros volumes.

[0010] L'invention a pour but de fournir un système de distribution d'encombrement réduit, relativement facile à fabriquer, minimisant les risques de contamination du liquide et optimisant la sécurité.

[0011] A cet effet, l'invention a pour objet un système de distribution de liquide qui comprend :

- un réservoir d'alimentation contenant un liquide à distribuer, muni de moyens de maintien d'un ciel gazeux sous une surpression inférieure à une première pression prédéterminée P1;
- une cuve intermédiaire de stockage munie de moyens de maintien d'un ciel gazeux sous une pression intermédiaire prédéterminée P2 > P1;
- des moyens de transfert du liquide du réservoir d'alimentation à la cuve intermédiaire;
- au moins deux récipients de distribution ayant un volume très inférieur à celui de la cuve intermédiaire, reliés, en parallèle, en amont à une sortie de liquide de cette dernière et en aval à une conduite de distribution du liquide à un réseau utilisateur; et
- des moyens de commande pour appliquer individuellement à chaque récipient soit une pression de distribution P3 > P2, soit une pression de remplissage P4 < P2.

[0012] Le système de distribution suivant l'invention peut comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes, prises isolément ou suivant toutes leurs combinaisons techniquement possibles :

- le système comprend trois récipients de distribution montés en parallèle;
- les moyens de transfert et/ou la conduite de distribution sont équipés de moyens de filtration du liquide;
- lesdits moyens de maintien et lesdits moyens de commande comprennent des sources de gaz d'inertage, notamment d'azote, équipées de moyens de régulation de pression;
- le système de distribution comprend une conduite de recyclage de liquide de la conduite de distribution à l'entrée de la cuve de stockage;
- le système de distribution comprend une conduite de recyclage de liquide du réseau utilisateur à l'en-

- trée de la cuve de stockage;
- chaque récipient de distribution est constitué par un tronçon de tube vertical obturé à son extrémité inférieure par un té d'alimentation et d'évacuation et à son extrémité supérieure par un bouchon équipé d'une entrée de gaz de pressurisation;
- la pression P1 est égale à 100 mb environ et/ou la pression P2 est comprise entre 100 et 500 mb environ et/ou la pression P3 est comprise entre 500 mb et 6 bars environ; et
- les volumes de la cuve de stockage et de chaque récipient de distribution sont respectivement compris entre 200 l et 5 m<sup>3</sup> et entre 1 et 50 l.

**[0013]** L'invention a également pour objet l'utilisation d'un tel système de distribution pour la distribution d'un liquide ultra-pur, notamment de peroxyde d'hydrogène, d'ammoniaque ou d'acide fluorhydrique.

**[0014]** Un exemple de réalisation va maintenant être décrit en regard des dessins annexés, sur lesquels :

- la Figure 1 représente schématiquement un système de distribution de liquide ultra-pur conforme à l'invention; et
- la Figure 2 représente un mode de réalisation avantageux d'une partie du système de la Figure 1.

**[0015]** Le système de distribution représenté sur la Figure 1 est destiné à fournir un liquide ultra-pur à un réseau utilisateur 100. Le système est constitué d'une partie amont d'alimentation 1 et d'une partie aval de distribution 2.

**[0016]** La partie amont comprend, d'amont en aval :

- deux réservoirs ou fûts d'alimentation 3A, 3B, disposés en parallèle et utilisés successivement. Chacun de ces fûts contient le liquide à distribuer, mais n'ayant pas la très basse teneur en particules désirée;
- un dispositif 4 de maintien dans les deux fûts d'une légère surpression gazeuse inférieure à une pression P1 prédéterminée. La pression P1 est typiquement comprise entre 50 et 100 mb. Le dispositif 4 comprend une alimentation en azote 104, un évent 105 et un régulateur 106 adapté pour relier le ciel gazeux des fûts 3A et 3B soit à la source 104, soit à l'évent 105. Des dispositifs de ce type sont disponibles dans le commerce;
- une pompe de circulation 5;
- un pot dégazeur 6 adapté pour protéger contre l'assèchement les filtres disposés en aval;
- un premier filtre 7;
- un deuxième filtre 8;
- entre les deux filtres 7 et 8, une conduite de piquage 9, équipée d'une vanne, pour le recyclage de liquide dans les fûts 3A et 3B.

**[0017]** On a également représenté, en aval du filtre 8,

un bidon de prélèvement 10 servant à effectuer des analyses du liquide véhiculé.

**[0018]** La partie de distribution 2 est constituée, d'amont en aval :

- d'une cuve de stockage 11;
- de deux récipients de distribution 12A, 12B montés en parallèle. Ces récipients sont reliés, en amont, à un tube plongeur 13 de sortie de liquide de la cuve 11 et, en aval, à une conduite 14 de distribution du liquide.

**[0019]** La conduite 14 est équipée de deux filtres 15A, 15B montés en parallèle, puis d'un bidon de prélèvement et d'analyse 16, et elle aboutit au réseau utilisateur 100.

**[0020]** Une conduite 17 piquée sur la conduite 14 en aval des filtres 15A, 15B permet de recycler du liquide à l'entrée de la cuve 11, et une autre conduite 18 permet de recycler du liquide en excès du réseau utilisateur 100 vers le même emplacement.

**[0021]** On a également représenté sur la Figure 1 divers accessoires :

- plusieurs sources 19 d'eau déionisée, servant au rinçage du système;
- une source 20 d'alimentation régulée en azote du ciel gazeux de la cuve 11, et des sources 21A et 21B d'alimentation régulée en azote des récipients 12A et 12B respectivement;
- un compteur de particules 22 branché sur la conduite 14 en aval du piquage 17; et
- un certain nombre de vannes, qui permettent de mettre en oeuvre le fonctionnement qui sera décrit ci-dessous.

**[0022]** Bien entendu, l'installation comporte par ailleurs un certain nombre d'organes de mesure et de commande, connus en soi et qui n'ont pas été représentés pour la clarté du dessin.

**[0023]** A titre d'exemple, les fûts 3A et 3B peuvent avoir un volume de 100 à 20 000 litres, la cuve 11, réalisée en PE, PFA ou PVDF légèrement renforcée de fibres, un volume de 200 l à 5 m<sup>3</sup>, et les récipients 12A et 12B un volume très inférieur au précédent, typiquement de 1 à 50 litres.

**[0024]** Le filtre 7 est un organe de microfiltration à membrane jusqu'à 0,2 µm, le filtre 8 assure une filtration jusqu'à 0,1 µm, et les filtres 15A et 15B une filtration jusqu'à 0,05 µm.

**[0025]** Dans un mode de réalisation particulièrement avantageux représenté à la Figure 2, chaque récipient 12A, 12B est constitué d'un tronçon de tube 23 en PE, PFA ou PVDF non renforcé, dont l'épaisseur est adaptée pour résister à la pression de distribution. Ce tube est disposé verticalement, son extrémité supérieure est obturée par un bouchon 24 relié à la source d'azote associée 21A ou 21B, et son extrémité inférieure est ob-

turée par un second bouchon 25 auquel est raccordé un té de raccordement 26. Les deux branches horizontales de ce té sont reliées respectivement, vers l'amont à une conduite 27 elle-même reliée au tube plongeur 13, et vers l'aval à une conduite 28 elle-même reliée à la conduite 14.

[0026] Un tel mode de réalisation est peu coûteux et très fiable, et il en est de même de la cuve 11, qui ne doit supporter que la pression P2, inférieure à 500 mb.

[0027] De plus, l'encombrement de la partie de distribution 2 est particulièrement réduit.

[0028] En fonctionnement, le ciel gazeux des fûts 3A et 3B est maintenu en légère surpression, à une pression inférieure à 100 mb, par le dispositif 4. Le liquide pompé par la pompe 5 traverse les filtres 7 et 8, et une partie du liquide est éventuellement recyclé via la conduite 9. Le liquide non recyclé parvient dans la cuve de stockage 11, via un second tube plongeur 29 qui l'alimente en source.

[0029] Le ciel gazeux de cette cuve est constamment maintenu à une pression P2 prédéterminée, inférieure à 500 mb, par la source 20.

[0030] L'un des deux récipients 12A, 12B, par exemple le récipient 12B, est maintenu à une pression P4 positive ou nulle mais inférieure à la pression P2, par sa source d'azote 21B, et sa vanne de sortie est fermée tandis que sa vanne d'entrée est ouverte. L'autre récipient 12A a sa vanne d'entrée fermée, sa vanne de sortie ouverte, et il est maintenu à une pression P3 supérieure à P2 et égale à la pression de distribution par sa source d'azote 21A.

[0031] Ainsi, le récipient 12B se remplit pendant que le récipient 12A est utilisé pour la distribution. Lorsque le niveau du liquide dans le récipient 12A est descendu jusqu'à un seuil prédéterminé, les pressions des deux récipients sont inversées, ainsi que l'état de leurs vannes d'entrée et de sortie, de sorte que le récipient 12A se remplit tandis que le récipient 12B se vide dans la conduite de distribution 14.

[0032] Le liquide ainsi distribué en continu subit la dernière étape de filtration en 15A et/ou 15B, puis est envoyé par la conduite 14 au réseau utilisateur 100.

[0033] Du liquide ultra-pur peut éventuellement être recyclé dans la cuve 11, à partir de la conduite 14 via le piquage 17 et/ou à partir du réseau 100 via la conduite 18.

[0034] En variante, il peut être prévu un troisième récipient de distribution, analogue aux récipients 12A, 12B et monté en parallèle avec eux, à titre de récipient de secours.

## Revendications

1. Système de distribution de liquide, caractérisé en ce qu'il comprend :

- un réservoir d'alimentation (3A, 3B) contenant

un liquide à distribuer, muni de moyens (4) de maintien d'un ciel gazeux sous une surpression inférieure à une première pression prédéterminée P1;

- une cuve intermédiaire de stockage (11) munie de moyens (20) de maintien d'un ciel gazeux sous une pression intermédiaire prédéterminée  $P2 > P1$ ;
- des moyens (5 à 8) de transfert du liquide du réservoir d'alimentation à la cuve intermédiaire;
- au moins deux récipients de distribution (12A, 12B) ayant un volume très inférieur à celui de la cuve intermédiaire, reliés, en parallèle, en amont à une sortie de liquide (13) de cette dernière et en aval à une conduite (14) de distribution du liquide à un réseau utilisateur (100); et
- des moyens de commande (21A, 21B) pour appliquer individuellement à chaque récipient soit une pression de distribution  $P3 > P2$ , soit une pression de remplissage  $P4 < P2$ .

2. Système de distribution de fluide suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend trois récipients de distribution montés en parallèle.

3. Système de distribution de fluide suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que les moyens de transfert et/ou la conduite de distribution sont équipés de moyens de filtration du liquide (7, 8, 15A, 15B).

4. Système de distribution de fluide suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que lesdits moyens de maintien (4, 20) et lesdits moyens de commande (21A, 21B) comprennent des sources de gaz d'inertage, notamment d'azote, équipées de moyens de régulation de pression.

5. Système de distribution de fluide suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend une conduite (17) de recyclage de liquide de la conduite de distribution (14) à l'entrée de la cuve de stockage (11).

6. Système de distribution de fluide suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comprend une conduite (18) de recyclage de liquide du réseau utilisateur (100) à l'entrée de la cuve de stockage (11).

7. Système de distribution de fluide suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que chaque récipient de distribution (12A, 12B) est constitué par un tronçon de tube vertical (23) obturé à son extrémité inférieure par un té d'alimentation et d'évacuation (26) et à son extrémité supérieure par un bouchon (24) équipé d'une entrée de gaz de

pressurisation.

8. Système de distribution de liquide suivant l'une  
quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé  
en ce que la pression P1 est égale à 100 mb environ 5  
et/ou la pression P2 est comprise entre 100 et 500  
mb environ et/ou la pression P3 est comprise entre  
500 mb et 6 bars environ.
9. Système de distribution de liquide suivant l'une 10  
quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé  
en ce que les volumes de la cuve de stockage (11)  
et de chaque récipient de distribution (12A, 12B)  
sont respectivement compris entre 200 l et 5 m<sup>3</sup> et  
entre 1 et 50 l. 15
10. Utilisation d'un système de distribution de liquide  
suivant l'une quelconque des revendications 1 à 9  
pour la distribution d'un liquide ultra-pur, notam- 20  
ment de peroxyde d'hydrogène, d'ammoniaque ou  
d'acide fluorhydrique.

25

30

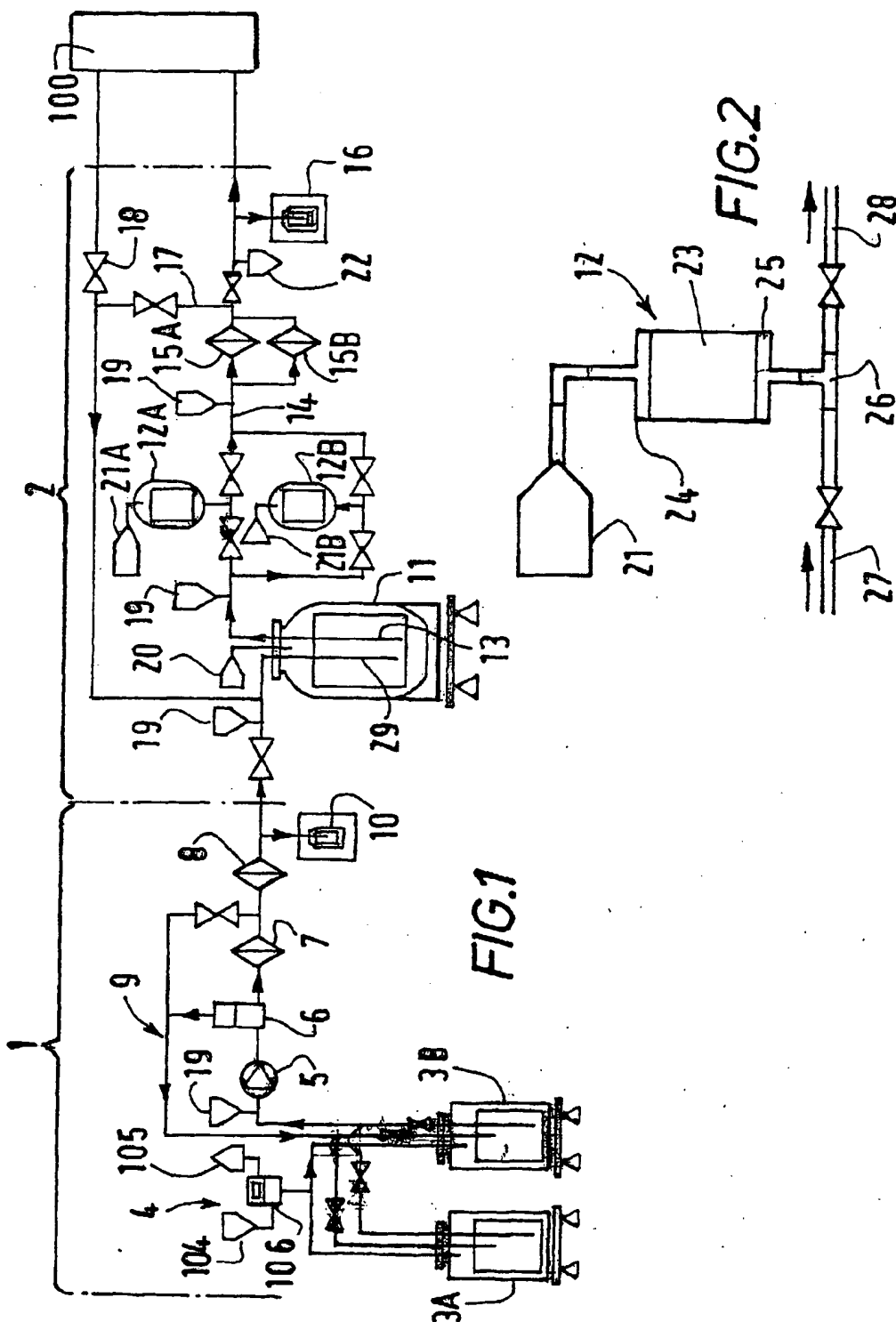
35

40

45

50

55





Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 99 40 3239

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
A	US 5 832 948 A (SCHELL) 10 novembre 1998 (1998-11-10) * revendications 23,28; figures *	1,10	B67D5/02 B67D5/60
D,A	WO 92 05406 A (GEATZ) 2 avril 1992 (1992-04-02)		
D,A	& US 5 330 072 A (GEATZ)		
A	US 5 556 002 A (GREEN) 17 septembre 1996 (1996-09-17)		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			B67D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 25 avril 2000	Examineur Deutsch, J.-P.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 03 02 (Pct/02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 3239

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

25-04-2000

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5832948 A	10-11-1998	AU 5624398 A	17-07-1998
		WO 9828545 A	02-07-1998
		US 6019116 A	01-02-2000
WO 9205406 A	02-04-1992	US 5148945 A	22-09-1992
		DE 69123743 D	30-01-1997
		EP 0549733 A	07-07-1993
		JP 2911219 B	23-06-1999
		JP 6500621 T	20-01-1994
		KR 171627 B	01-05-1999
		US 5370269 A	06-12-1994
		US 5417346 A	23-05-1995
		US 5490611 A	13-02-1996
		US 5803599 A	08-09-1998
		US 5330072 A	19-07-1994
US 5556002 A	17-09-1996	AUCUN	

EPO FORM P0160

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82